



Imake

PATENT
0517-0121P

IN THE U.S. PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant: ITOYAMA, Koki et al. Conf.: 4641
Appl. No.: 09/919,928 Group: 1751
Filed: August 2, 2001 Examiner: EINSMANN M.
For: FUNCTIONALIZED FIBER MATERIAL AND
METHOD FOR TREATING FIBER MATERIAL
THEREFOR

L E T T E R

Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

April 19, 2004

Sir:

Under the provisions of 35 U.S.C. § 119 and 37 C.F.R. § 1.55(a), the applicant(s) hereby claim(s) the right of priority based on the following application(s):

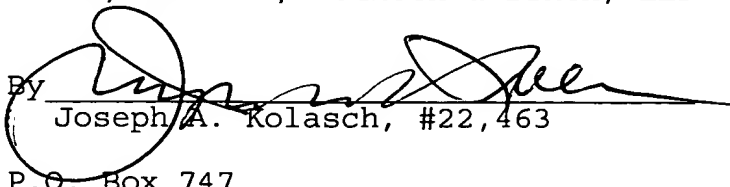
<u>Country</u>	<u>Application No.</u>	<u>Filed</u>
JAPAN	2000-244068	August 11, 2000

A certified copy of the above-noted application(s) is(are) attached hereto.

If necessary, the Commissioner is hereby authorized in this, concurrent, and future replies, to charge payment or credit any overpayment to Deposit Account No. 02-2448 for any additional fee required under 37 C.F.R. §§ 1.16 or 1.17; particularly, extension of time fees.

Respectfully submitted,

BIRCH, STEWART, KOLASCH & BIRCH, LLP

By 
Joseph A. Kolasch, #22,463

JAK/jdn
0517-0121P

P.O. Box 747
Falls Church, VA 22040-0747
(703) 205-8000

Attachment(s)

ITOYAMA, Koki et al.
Appl. No. 09/919,928. Filed 08/02/01
Birch, Stewart, Kolosch
& Birch, LLP
Tel. 703 205 8000
Atty Docket #
0517-0121P

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年 8月11日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-244068

出 願 人

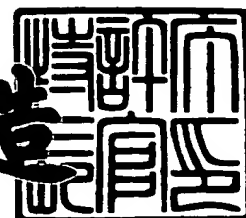
Applicant(s):

富士紡績株式会社

2001年 8月24日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3075562

【書類名】 特許願

【整理番号】 P12122AP

【あて先】 特許庁長官 及川 耕造 殿

【国際特許分類】 D06M 13/228
D06M 23/00

【発明者】

 【住所又は居所】 静岡県駿東郡小山町小山 8 9 - 5

 【氏名】 糸山 光紀

【発明者】

 【住所又は居所】 静岡県駿東郡小山町小山 1 2 9 - 1

 【氏名】 藤井 崇利

【特許出願人】

 【識別番号】 000005359

 【氏名又は名称】 富士紡績株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100068124

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 大野 克躬

【選任した代理人】

 【識別番号】 100073117

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 大野 令子

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 000251

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 機能化繊維材料及び繊維材料の処理方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 繊維材料を水に難溶なアスコルビン酸誘導体を含む乳化液で処理したことを特徴とする機能化繊維材料。

【請求項 2】 該水に難溶なアスコルビン酸誘導体が L-アスコルビン酸ポリアルキルエステルであることを特徴とする請求項 1 記載の機能化繊維材料。

【請求項 3】 繊維材料に水に難溶なアスコルビン酸誘導体を含む乳化液を付与することを特徴とする繊維材料の処理方法。

【請求項 4】 該乳化液が水に難溶なアスコルビン酸誘導体、アニオン系界面活性剤又はアニオン系界面活性剤と非イオン系界面活性剤、及び水との混合物であり、且つ該乳化液中に含まれる水に難溶なアスコルビン酸誘導体の濃度が 0.05～10 重量%であることを特徴とする請求項 3 記載の繊維材料の処理方法。

【請求項 5】 該水に難溶なアスコルビン酸誘導体が L-アスコルビン酸ポリアルキルエステルであることを特徴とする請求項 3、または請求項 4 記載の繊維材料の処理方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、洗濯耐久性のあるスキンケア効果を生ぜしめる成分の徐放機能を有し、且つ本来繊維材料が有する風合いや吸湿性を損わない機能化繊維材料とそれを得るための繊維材料の処理方法に関し、該機能化繊維材料は、肌着やシャツ等の衣料分野に好適に利用できるものである。

【0002】

【従来の技術】

アスコルビン酸は天然の抗酸化成分で、スキンケア、食品の酸化防止等の目的で化粧品や健康食品に広く用いられている。このアスコルビン酸をスキンケアや消臭機能化を目的として繊維製品に応用する事は以前から試みられている。しか

しながら、アスコルビン酸は非常に酸化されやすくそのまま繊維に付着させても、短時間で酸化されて抗酸化能を失ってしまうし、また単に付着させただけでは耐洗濯性に乏しい。そのため、繊維への応用はアスコルビン酸の安定化と繊維へ付与させたときの耐洗濯性の向上が重要なポイントであった。

【 0 0 0 3 】

例えば、特公平 3 - 1 3 3 5 5 号公報には、アスコルビン酸と各種第 1 鉄塩とを合成樹脂を使用することにより繊維に固着させる、耐洗濯性を持った消臭加工方法が開示されている。しかしながら、アスコルビン酸を合成樹脂によって繊維に固着させる方法では、繊維の風合いが悪くなり、また、天然繊維やセルロース系繊維に加工した場合、繊維本来の吸湿性が損なわれるという欠点がある。また、アスコルビン酸の不安定さを解消させたものとしては、特開平 1 0 - 1 3 1 0 4 2 号公報には防臭効果を付与せしめるため、アスコルビン酸アルキルエステルを含む酸化防止剤を内包した小胞体を有する柔軟仕上げ剤が開示され、特開平 1 0 - 3 3 1 0 7 0 号公報には抗酸化剤と蛋白質とのコンプレックスによって抗酸化剤を安定させた後、該コンプレックスで繊維製品を処理した抗酸化性繊維材料が開示されている。

【 0 0 0 4 】

特開平 1 0 - 1 3 1 0 4 2 号公報に開示された繊維処理組成物は、アスコルビン酸誘導体を使用しているために安定性には優れているが、該発明は洗濯後の柔軟仕上げ剤であるため耐洗濯性は一切考慮されておらず、耐久性に劣るものである。また、特開平 1 0 - 3 3 1 0 7 0 号公報記載の抗酸化性繊維材料は用途が食品包装材料の分野であり、抗酸化剤は安定化され耐洗濯性はあるものの耐久性を向上させるため架橋剤と共に処理しており、徐放機能はない。

【 0 0 0 5 】

一方、特開平 5 - 3 2 5 3 7 号公報にはアスコルビン酸、アスコルビン酸リン酸エステル、アスコルビン酸硫酸エステル等の誘導体がコラーゲン合成促進作用を有する物質として皮膚化粧料として用いられることが開示されているが、この化粧料はアスコルビン酸の皮膚に対する徐放機能を有するものではない。

【 0 0 0 6 】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、本来繊維が具備している風合や吸湿性を損なわず、アスコルビン酸誘導体を繊維製品に付着させて耐洗濯性を付与すると共に、アスコルビン酸誘導体を人体の皮膚の表面に存在する皮脂等の油成分により徐放出させることが可能な、スキンケア効果を有する機能化繊維材料と、それを得るための繊維材料の処理方法を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明は、繊維材料を水に難溶なアスコルビン酸誘導体を含む乳化液で処理した機能化繊維材料であり、該水に難溶なアスコルビン酸誘導体は、好ましくはL-アスコルビン酸ポリアルキルエステルである。その処理方法は、繊維材料に水に難溶なアスコルビン酸誘導体を含む乳化液を付与する繊維材料の処理方法であり、該乳化液が水に難溶なアスコルビン酸誘導体、アニオン系界面活性剤又はアニオン系界面活性剤と非イオン系界面活性剤、及び水との混合物であって、該乳化液中に含まれる水に難溶なアスコルビン酸誘導体の濃度が0.05～10重量%の溶液である繊維材料の処理方法である。

【0008】

【発明の実施の形態】

本発明に用いられる繊維材料は特に限定されず、原繊としては通常衣類として使用される綿、羊毛、絹等の天然繊維、レーヨン、ポリノジック、アセテート等の再生繊維、ポリエステル、ナイロン、アクリル等の合成繊維で、これらの1種類又は2種類以上を混繊したものであってもよい。更に、再生繊維、合成繊維においては他の機能を発現させるための物質を含む繊維材料でもよく、前記含有された物質は、アスコルビン酸誘導体の徐放機能を阻害するものでなければ特に限定されるものではない。このうち、再生繊維のレーヨン、ポリノジックにあっては、本出願人が先に特願平11-352669号で出願した架橋剤をセルロースビスコース溶液に添加混合した後、該溶液を紡糸して得られる水に対する膨潤性を改善した改質セルロース再生繊維及び特願平11-352668号で出願した架橋剤をセルロースビスコース溶液に添加混合した後該溶液を紡糸し、次

いで架橋剤の水溶液に接触させて得られる水に対する膨潤性及びフィブリル性を改善した改質セルロース再生繊維であってもよい。

【 0 0 0 9 】

又、この場合においては架橋剤を添加する以外に抗菌性、消臭性、染色性改善等の他の機能を発現させるため、例えば、微小粒状キトサン、中空微粒子、アニオン化剤等の微粒子状の機能化剤を併用することももちろん可能である。形状についても原繊、紡績糸、編織布、更には繊維製品のいずれであってもよく、又、アスコルビン酸誘導体の徐放機能を阻害する加工処理でなければ、前記の夫々の形状の繊維材料に他の機能を付与するための加工処理を施したもののでもよいが、この場合、アスコルビン酸誘導体の徐放機能の点から、前記加工処理は本発明の処理の前に行うことが好ましく、特に架橋剤を用いた加工処理を行うときは本発明の処理の前に行うことが必須である。そして繊維材料が原繊、紡績糸、編織布の場合は、衣料用の繊維縫製材料として用いる。

【 0 0 1 0 】

本発明に用いられる水に難溶なアスコルビン酸誘導体は、水に難溶で有機溶剤に可溶な誘導体であれば特に限定されず、例えば、L-アスコルビン酸モノアルキルエステル、L-アスコルビン酸ジアルキルエステル、L-アスコルビン酸トリアルキルエステル、L-アスコルビン酸テトラアルキルエステル等が挙げられるが、耐洗濯性と安定性の点からL-アスコルビン酸テトラアルキルエステルが好適である。L-アスコルビン酸テトラアルキル誘導体としては、イソパルミトイルまたはステアロイル誘導体が挙げられる。

【 0 0 1 1 】

上記アスコルビン酸誘導体を水に乳化させるために使用される界面活性剤は、アニオン系界面活性剤が望ましいが、アニオン系界面活性剤単独ではその乳化力が低くアスコルビン酸誘導体を十分乳化できない場合は、非イオン系界面活性剤との混合使用も可能である。ここで使用されるアニオン系界面活性剤は、特に限定されず、例えば、各種脂肪酸石鹸、ラウリル硫酸ナトリウム、高級アルコール硫酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ジアルキルホスホコハク酸ナトリウム、アルキルリン酸カリウム塩、ポリオキシエチレンアルキルエ

ーテル硫酸ナトリウムなどが挙げられる。又、ここで使用可能な非イオン系界面活性剤としては、例えば、ポリオキシエチレン誘導体、ソルビタンモノアルキレート、ソルビタンジアルキレート、ソルビタントリアルキレート等が挙げられ、これらを適宜選択して使用することができる。

【 0 0 1 2 】

本発明の繊維材料の処理方法としては、先ず水に難溶なアスコルビン酸誘導体と界面活性剤を水に混合し攪拌し乳化させ、アスコルビン酸誘導体を含有する乳化液を得、これに繊維材料を浸漬し、絞り率 6 0 ~ 1 2 0 % で絞る。その後 8 0 ~ 2 0 0 ° C で 1 ~ 3 0 分間乾燥処理する。アスコルビン酸誘導体を含有する乳化液を繊維材料に付与する手段としては、浸漬以外にも、乳化液を塗布、噴霧等によって繊維材料に付着せしめても良い。

【 0 0 1 3 】

本出願人が先に特願平 1 1 - 3 5 2 6 6 9 号で出願した架橋剤をセルロースビスコース溶液に添加混合した後、該溶液を紡糸して得られる水に対する膨潤性を改善した改質セルロース再生繊維を布帛とし、該布帛に併せてフィブリル性改善を目的として架橋剤で処理を行うときは、本発明のアスコルビン酸誘導体乳化液処理の後で前記架橋剤処理を行うとアスコルビン酸誘導体とセルロース再生繊維と架橋剤が反応し、アスコルビン酸誘導体の皮脂等による徐放機能が低下するため、前記架橋剤処理は本発明のアスコルビン酸誘導体乳化液処理の前に行うことが必須である。

【 0 0 1 4 】

繊維材料の処理に用いる乳化液の濃度としては、乳化液中のアスコルビン酸誘導体の濃度が 0 . 0 5 ~ 1 0 重量% の範囲であることが好ましく、0 . 0 5 重量% 未満ではスキンケア効果が期待できず、1 0 重量% を超えると乳化液の粘度が上昇し繊維の均一な処理が困難となり好ましくない。この時の界面活性剤の濃度は乳化が可能な範囲であれば特に問題ないが、アスコルビン酸誘導体量に対して多過ぎると洗濯耐久性が悪化するので、乳化可能な範囲で出来るだけ少ないほうが好ましい。乳化液を得る際の攪拌方法は特に限定されず、例えばホモジナイザー等を用いて攪拌すればよい。

【0015】

また、乳化の際、アスコルビン酸誘導体と界面活性剤のみでも乳化することができるが、乳化液の濃度や粘度を調整するために有機溶媒を加える事も可能である。このときに加える有機溶媒はアスコルビン酸誘導体が溶解するものであればよく、特に限定されないが、例えば、オレイン酸、スクワラン及びその誘導体、ヘキサン、ジエチルエーテル、酢酸エチル、ドデカノール等が挙げられる。

【0016】

本発明による処理により繊維に付着したアスコルビン酸誘導体は、10回洗濯後も50%以上残存し、優れた耐洗濯性を示す。これは、この誘導体の親水性が非常に小さく、また、繊維内部にまで浸透して付着しているためと推定される。通常、アスコルビン酸誘導体が化粧品に用いられる場合は、この誘導体が皮膚内部に取り込まれ、酵素によってアスコルビン酸に再生することで効果を発揮する。繊維に付着したアスコルビン酸誘導体は、繊維に付着したままの状態では期待される抗酸化能を発揮せず、繊維製品の着用時に着用者の皮脂等の油脂により繊維から皮膚上に徐放されて、皮膚に取り込まれることで初めて効果を発揮するものである。

【0017】

本発明によれば、洗濯によるアスコルビン酸誘導体の脱離が抑さえられると共に、該誘導体は皮脂等の油脂には良く溶解するために、人体の皮膚の表面に存在する皮脂等の油成分によって徐々に皮膚上に徐放され、皮膚内部への取り込みによってスキンケア効果を発揮させることが可能であると推察される。更に、本発明による処理を行っても、処理後の機能化繊維材料は、その繊維材料が有する風合い、及び繊維の有する吸放湿性には全く変化が見られない。

【0018】

【実施例】

以下、本発明について、実施例により具体的に説明するが、本発明はこの範囲に限定されるものではない。なお、本実施例での測定方法と評価は、以下の方法に基づいて行った。

【0019】

(アスコルビン酸誘導体の付着量測定)

試験布をイソプロピルアルコールに入れ、37℃で2時間振とうした後、上澄みをHPLC測定し、得られたアスコルビン酸誘導体のピーク面積から繊維に付着したアスコルビン酸誘導体量を計算した。

【0020】

(アスコルビン酸の付着量測定)

試験布を人工汗(JIS L0848-5.1)に入れ、37℃で2時間振とうした後、上澄みをHPLC測定し、得られたアスコルビン酸のピーク面積から繊維に付着したアスコルビン酸量を計算した。

【0021】

(徐放機能の評価)

試験布にオレイン酸を0.3~0.5%owfになるように付着させた後に洗濯をした。1, 4, 10回洗濯後に試験布に残存しているアスコルビン酸誘導体を上記の方法で定量し、油脂によるアスコルビン酸誘導体の放出状態を測定した。

【0022】

(風合いの評価)

被験者10人で本発明の処理を施したセルロース繊維を用いて作製した織布の風合いを触感判定し、風合いが良いもの1点、悪いもの0点とし、各人に評価してもらいその総点から下記の基準に従い風合いを判定した。

- ① 8~10点 ○ (良好)
- ② 4~ 7点 △ (やや良い)
- ③ 0~ 3点 × (悪い)

【0023】

(吸放湿性の評価)

重量 W_h gを測定しておいた秤量瓶に試料を約1 gずつ入れ、蓋を開いた状態で105℃にて60分間乾燥した後、シリカゲル入りデシケータ中にて30分間放置して冷却し、重量 W_0 gを測定した。次いで湿度60%のデシケータ中に一晚放置した後、35℃、90%に調節した恒温恒湿器内に秤量瓶の蓋を開けてい

れ、60分後に蓋を閉めて秤量瓶を取り出し、重量 W_1 gを測定した。更に25℃、53%に調節した恒温恒湿器内に蓋を開けて秤量瓶を入れ、60分後に蓋を閉めて秤量瓶を取り出し、重量 W_2 gを測定した。これらの結果から、吸湿率、放湿率を次式により求めた。

【0024】

【式1】

$$\text{吸湿率 (\%)} = \frac{(W_1 - W_0)}{(W_0 - W_h)} \times 100$$

【0025】

【式2】

$$\text{放湿率 (\%)} = \frac{(W_1 - W_2)}{(W_0 - W_h)} \times 100$$

【0026】

(実施例1)

表1に示す処方でアスコルビン酸誘導体のアスコルビン酸テトライソパルミチン酸エステル（商品名：VC-IP、日光ケミカルズ（株）製）、スクワラン、ドデカノール、アニオン系界面活性剤（商品名：レベノールWX、（株）花王製）、ノニオン系界面活性剤（商品名：レオドル、（株）花王製）を夫々混合し、全量が1kgになるように水を加えた後ホモジナイザーで乳化し、6種類のアスコルビン酸誘導体乳化液を得、夫々を乳化液1～6とした。但し、乳化液6はアスコルビン酸誘導体の濃度が15%と高いため粘度が上昇し本発明に適した乳化液にならなかった。乳化液1～5の夫々に30cm×30cmの綿100%織物各5枚を浸漬し、しぼり率90%で絞った後に、120℃で5分間熱処理し、夫々試料1～5の試験布を得た。比較例としてアスコルビン酸1gを水に溶解し、1kgとした溶液を使用した以外は試料1～5と同様にして試料6を得た。

【0027】

得られた試料1～6の試験布を通常の洗濯機で、一般洗濯用洗剤（アタック、（株）花王製）を用いて10回洗濯した。試料1～6の10回洗濯前後のアスコ

ルビン酸誘導体とアスコルビン酸の付着量を測定した。これとは別に試料 1 ～ 6 のオレイン酸を付加して 1 回洗濯後、4 回洗濯後、10 回洗濯後の残存アスコルビン酸誘導体測定による徐放機能の評価、吸放湿性の評価、風合いの評価を行い、その結果を表 2 に示した。又、試料に用いた未処理布帛について吸放湿性の評価、風合いの評価を行いその結果を表 2 に示した。

【 0 0 2 8 】

表 2 より試料 2 ～ 5 の 0.05 ～ 10 % のアスコルビン酸誘導体含有乳化液で処理した試験布は、10 回洗濯後も 50 % 以上アスコルビン酸誘導体が残存しており、耐洗濯性が非常に高いことが示された。又、オレイン酸を付加して 1 回洗濯後、4 回洗濯後、10 回洗濯後のアスコルビン酸誘導体の残存量を調べる徐放性試験でも十分な徐放機能が確認できた。しかしながら、0.03 % のアスコルビン酸誘導体乳化液で処理した試料 1 の試験布は初期付着量が低く、オレイン酸を付加しての 1 回洗濯で残存が確認できないほど残存量が減少しており、十分な徐放機能が得られなかった。一方、アスコルビン酸で処理した比較例の試料 6 は洗濯することによって殆どアスコルビン酸が脱落し、耐洗濯性が非常に低かった。また、これらの試料はすべて未処理布帛と比べて風合い及び吸放湿性の低下が見られなかった。

【 0 0 2 9 】

【表 1】

乳化液No.	VC-IP(g)	スクワラン (g)	ドデカノール (g)	非イオン系(g) 界面活性剤	アニオン系(g) 界面活性剤
乳化液 1	0.3	1.5	0.3	0.2	0.2
乳化液 2	0.5	2.5	0.5	0.4	0.4
乳化液 3	1	5	1	0.8	0.8
乳化液 4	50	—	50	40	40
乳化液 5	100	—	100	80	80
乳化液 6	150	—	150	120	120

【 0 0 3 0 】

【表 2】

試料No.	付着量(mg/g)		徐放機能(mg/g)			風合い	吸放湿性(%)	
	洗濯前	10回洗濯後	1回洗濯後	4回洗濯後	10回洗濯後		吸湿	放湿
試料 1 (実施例)	0.10	0	0	0	0	○	12.5	6.9
試料 2 (実施例)	0.30	0.13	0.15	0.05	0.02	○	12.5	6.9
試料 3 (実施例)	0.46	0.25	0.18	0.10	0.06	○	12.3	6.8
試料 4 (実施例)	20.3	10.2	8.9	3.0	1.5	○	12.2	6.5
試料 5 (実施例)	45.0	21.3	15.6	5.8	2.3	○	12.2	6.6
未処理布	—	—	—	—	—	○	12.7	6.9
試料 6 (比較例 1)	0.55	0	0	0	0	○	12.6	6.9

【0031】

(実施例 2)

アスコルビン酸誘導体のアスコルビン酸テトライソパルミチン酸エステル（商品名：VC-IP、日光ケミカルズ（株）製）を1g、スクワランを5g、ドデカノールを1g、アニオン系界面活性剤（商品名：レベノールWX、（株）花王製）を0.8g、ノニオン系界面活性剤（商品名：レオドール、（株）花王製）を0.8g混合し全量で1kgになるように水を加えた後ホモジナイザーで乳化し、アスコルビン酸誘導体乳化液を得た。この乳化液に30cm×30cmの綿100%織物、綿／ポリエステル50／50織物、ナイロン100%織物をそれぞれ5枚ずつ浸漬し、絞り率90%で絞った後に、120℃で5分間熱処理し試料7～9の試験布を得た。試料7～9の試験布を通常の洗濯機で、一般洗濯用洗剤（商品名：アタック、（株）花王製）を用いて10回洗濯した後、洗濯前後のアスコルビン酸誘導体の付着量を測定した。これとは別に試料7～9の1回洗濯後、4回洗濯後、10回洗濯後の残存アスコルビン酸誘導体測定による徐放機能の評価、吸放湿性の評価、風合いの評価を行いその結果を表3に示した。又、試料7～9に用いた夫々の未処理布帛について吸放湿性の評価、風合いの評価を行いその結果を表3に示した。

【0032】

表3よりアスコルビン酸誘導体乳化液で処理した試料7～9の試験布はいずれ

も 1 0 回洗濯後も 5 0 % 以上アスコルビン酸誘導体が残存しており、耐洗濯性が非常に高いことが示された。徐放機能に関しても同様に良好であった。また、これらの試料はすべて風合いは未処理布帛と比べても良好であり、本発明の処理による吸放湿性の低下も見られなかった。

【 0 0 3 3 】

【表 3】

試料No.	付着量(mg/g)		徐放機能(mg/g)			風合 い	吸放湿性(%)	
	洗濯前	10回 洗濯後	1回 洗濯後	4回 洗濯後	10回 洗濯後		吸湿	放湿
試料 7 (綿 100%)	0.46	0.25	0.18	0.10	0.06	○	12.3	6.8
綿 100%未処理布	—	—	—	—	—	○	12.7	6.9
試料 8 (綿/ポリエステル:50/50)	0.43	0.23	0.19	0.11	0.05	○	6.53	3.56
綿/ポリエステル:50/50 未処理布	—	—	—	—	—	○	6.58	3.55
試料 9 (ナイロン 100%)	0.50	0.30	0.22	0.13	0.07	○	4.53	2.45
ナイロン 100%未処理布	—	—	—	—	—	○	4.55	2.47

【 0 0 3 4 】

(実施例 3)

通常の方法によりポリノジックビスコース溶液（セルロース 5. 0 %、全アルカリ 3. 5 %、全硫黄 3. 0 %）を調製し、該ビスコース溶液にポリプロピレングリコールジグリシジルエーテル（ナガセ化成工業（株）製、商品名：デナコール EX-931）を該ビスコース溶液のセルロースに対して 5 重量%、脱アセチル化度 82 %、平均分子量 42, 000、粒子径が 10 μ m 以下の微粒子状キトサンをセルロースに対して 1 重量%となるように添加し均一に混合して紡糸原液を調製した。得られた紡糸原液を 0. 07 mm \times 500 H のノズルを使用し、紡糸速度 30 m/分で、硫酸 22 g/L、硫酸ナトリウム 65 g/L、硫酸亜鉛 0. 5 g/L、の温度 35℃ の紡糸浴中に紡糸した。次いで、硫酸 2 g/L、硫酸亜鉛 0. 05 g/L の温度 25℃ の浴中で 2 倍に延伸し、繊維長 38 mm となるように切断し、炭酸ナトリウム 1 g/L、硫酸ナトリウム 2 g/L の温度 60℃ の浴中で処理を行った後、再度硫酸 5 g/L の温度 65℃ の浴中で処理した。更

に、通常の精練漂白、水洗いを行った後に130℃で15分間熱処理した。再度水洗し、乾燥して、架橋剤と微小粒状キトサンを含んだおよそ1.39デシテックスのポリノジックのセルロース再生繊維を50kg製造した。次いで、得られた前記ポリノジック繊維を用いて綿糸番手40番手の紡績糸を製造し、これを用いて織物を製造した。更に得られた織物をエチレングリコールジグリシジルエーテル（ナガセ化成工業（株）、商品名：デナコールEX-810）の5重量%の水溶液で処理し、130℃で15分間熱風乾燥後水洗し乾燥して、架橋処理された織物を得た。

【0035】

実施例1と同様に、表4に示す処方でアスコルビン酸誘導体のアスコルビン酸テトライソパルミチン酸エステル（商品名：VC-IP、日光ケミカルズ（株）製）、スクワラン、ドデカノール、アニオン系界面活性剤（商品名：レベノールWX、（株）花王製）、非イオン系界面活性剤（商品名：レオドール、（株）花王製）を夫々混合し全量が1kgになるように水を加えた後にホモジナイザーで乳化し5種類のアスコルビン酸誘導体乳化液を得、夫々を乳化液8～12とした。乳化液8～12の夫々に30cm×30cmの前記架橋処理された織物5枚づつを浸漬し、絞り率90%で絞った後に、120℃で5分間加熱処理し、夫々試料10～14の試験布を得た。得られた試料10～14の試験布を通常の洗濯機で、一般洗濯用洗剤（商品名：アタック、（株）花王製）を用いて10回洗濯した。試料10～14の洗濯前後のアスコルビン酸誘導体の付着量を測定した。これとは別に試料10～14についてオレイン酸を付加して1回洗濯後、4回洗濯後、10回洗濯後の残存アスコルビン酸誘導体測定による徐放機能の評価、風合いの評価を行いその結果を表5に示した。又、試料10～14に用いた未処理布帛について吸放湿性の評価、風合いの評価を行いその結果を表5に示した。

【0036】

表5より試料11～14の0.05～10%のアスコルビン酸誘導体乳化液で処理した試験布はいずれも10回洗濯後も50%以上アスコルビン酸誘導体が残存しており、耐洗濯性が非常に高いことが示された。また、オレイン酸を付加して洗濯を行う徐放機能試験でも徐放機能が確認できた。更に、水に対する膨潤抑

制性やフィブリル防止性及び抗菌機能も具備していた。しかしながら、0.03%のアスコルビン酸誘導体乳化液で処理した試料10の試験布は初期付着量が低く、オレイン酸を付加しての1回洗濯で残存が確認できないほど残存量が減少しており十分な徐放機能が得られない。また、これらの試料はすべて未処理布帛と比べて風合い及び吸放湿性の低下も見られなかった。

【0037】

【表4】

乳化液No.	VC-IP(g)	スクワラン (g)	ドデカノール (g)	非イオン系(g) 界面活性剤	アニオン系(g) 界面活性剤
乳化液8	0.3	1.5	0.3	0.2	0.2
乳化液9	0.5	2.5	0.5	0.4	0.4
乳化液10	1	5	1	0.8	0.8
乳化液11	50	—	50	40	40
乳化液12	100	—	100	80	80

【0038】

【表5】

試料No.	付着量(mg/g)		徐放機能(mg/g)			風 合 い	吸放湿性(%)	
	洗濯前	洗濯後	1回 洗濯後	4回 洗濯後	10回 洗濯後		吸湿	放湿
試料10(実施例)	0.09	0	0	0	0	○	17.5	7.2
試料11(実施例)	0.31	0.16	0.20	0.09	0.01	○	17.4	7.3
試料12(実施例)	0.50	0.26	0.21	0.11	0.07	○	17.3	7.4
試料13(実施例)	20.3	10.3	9.1	7.8	1.7	○	17.3	7.4
試料14(実施例)	48.0	22.1	16.3	5.5	2.5	○	17.2	7.1
未処理布	—	—	—	—	—	○	17.4	7.2

【0039】

【発明の効果】

本発明は、水に難溶なアスコルビン酸誘導体を繊維材料に付着させる繊維材料の処理方法であり、このような処理により、衣料分野において風合いに優れ、本来繊維が具備している吸放湿性を損なわずに、洗濯耐久性のあるスキンケア効果、即ち、人体の皮膚の表面に存在する皮脂等の油成分によりアスコルビン酸誘導

体を徐放出させることが可能な、スキンケア効果の期待される機能化繊維材料を得ることができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 繊維が具備している吸放湿性を損なわず、有効成分を徐放出させることが可能なスキンケア効果を有する機能化繊維材料とそれを得るための、繊維材料の処理方法を提供する。

【解決手段】

繊維材料を水に難溶なアスコルビン酸誘導体を含む乳化液で処理した機能化繊維材料であって、水に難溶なアスコルビン酸誘導体は、好ましくはL-アスコルビン酸ポリアルキルエステルである。該処理方法は、繊維材料を水に難溶なアスコルビン酸誘導体、アニオン系界面活性剤又はアニオン系界面活性剤と非イオン系界面活性剤、及び水との混合物よりなる乳化液で処理するものであって、該乳化液中に含まれる水に難溶なアスコルビン酸誘導体の濃度は0.05～10重量%である。

特 2000-244068

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2000-244068
受付番号	50001028743
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0095
作成日	平成12年 8月14日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成12年 8月11日
-------	-------------

次頁無

【書類名】 手続補正書
【あて先】 特許庁長官殿
【事件の表示】
【出願番号】 特願2000-244068
【補正をする者】
【識別番号】 000005359
【氏名又は名称】 富士紡績株式会社
【代理人】
【識別番号】 100068124
【弁理士】
【氏名又は名称】 大野 克躬
【手続補正 1】
【補正対象書類名】 明細書
【補正対象項目名】 全文
【補正方法】 変更
【補正の内容】 1
【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 機能化繊維材料及び繊維材料の処理方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 繊維材料を水に難溶なアスコルビン酸誘導体を含む乳化液で処理したことを特徴とする機能化繊維材料。

【請求項 2】 該水に難溶なアスコルビン酸誘導体が L-アスコルビン酸ポリアルキルエステルであることを特徴とする請求項 1 記載の機能化繊維材料。

【請求項 3】 繊維材料に水に難溶なアスコルビン酸誘導体を含む乳化液を付与することを特徴とする繊維材料の処理方法。

【請求項 4】 該乳化液が水に難溶なアスコルビン酸誘導体、アニオン系界面活性剤又はアニオン系界面活性剤と非イオン系界面活性剤、及び水との混合物であり、且つ該乳化液中に含まれる水に難溶なアスコルビン酸誘導体の濃度が 0.05～10 重量%であることを特徴とする請求項 3 記載の繊維材料の処理方法。

【請求項 5】 該水に難溶なアスコルビン酸誘導体が L-アスコルビン酸ポリアルキルエステルであることを特徴とする請求項 3、または請求項 4 記載の繊維材料の処理方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、洗濯耐久性のあるスキンケア効果を生ぜしめる成分の徐放機能を有し、且つ本来繊維材料自体が有する風合いや吸湿性を損わない機能化繊維材料とそれを得るための繊維材料の処理方法に関し、該機能化繊維材料は、肌着やシャツ等の衣料分野に好適に利用できるものである。

【0002】

【従来の技術】

アスコルビン酸は天然の抗酸化成分で、スキンケア、食品の酸化防止等の目的で化粧品や健康食品に広く用いられている。このアスコルビン酸をスキンケアや消臭機能化を目的として繊維製品に応用する事は以前から試みられている。しか

しながら、アスコルビン酸は非常に酸化されやすくそのまま繊維に付着させても、短時間で酸化されて抗酸化能を失ってしまうし、また単に付着させただけでは耐洗濯性に乏しい。そのため、繊維への応用はアスコルビン酸の安定化と繊維へ付与させたときの耐洗濯性の向上が重要なポイントであった。

【 0 0 0 3 】

例えば、特公平 3 - 1 3 3 5 5 号公報には、アスコルビン酸と各種第 1 鉄塩とを合成樹脂を使用することにより繊維に固着させる、耐洗濯性を持った消臭加工方法が開示されている。しかしながら、アスコルビン酸を合成樹脂によって繊維に固着させる方法では、繊維の風合いが悪くなり、また、天然繊維やセルロース系繊維に加工した場合、繊維本来の吸湿性が損なわれるという欠点がある。また、アスコルビン酸の不安定さを解消させたものとしては、特開平 1 0 - 1 3 1 0 4 2 号公報には防臭効果を付与せしめるため、アスコルビン酸アルキルエステルを含む酸化防止剤を内包した小胞体を有する柔軟仕上げ剤が開示され、特開平 1 0 - 3 3 1 0 7 0 号公報には抗酸化剤と蛋白質とのコンプレックスによって抗酸化剤を安定させた後、該コンプレックスで繊維製品を処理した抗酸化性繊維材料が開示されている。

【 0 0 0 4 】

特開平 1 0 - 1 3 1 0 4 2 号公報に開示された繊維処理組成物は、アスコルビン酸誘導体を使用しているために安定性には優れているが、該発明は洗濯後の柔軟仕上げ剤であるため耐洗濯性は一切考慮されておらず、耐久性に劣るものである。また、特開平 1 0 - 3 3 1 0 7 0 号公報記載の抗酸化性繊維材料は用途が食品包装材料の分野であり、抗酸化剤は安定化され耐洗濯性はあるものの耐久性を向上させるため架橋剤と共に処理しており、徐放機能はない。

【 0 0 0 5 】

一方、特開平 5 - 3 2 5 3 7 号公報にはアスコルビン酸、アスコルビン酸リン酸エステル、アスコルビン酸硫酸エステル等の誘導体がコラーゲン合成促進作用を有する物質として皮膚化粧料として用いられることが開示されているが、この化粧料はアスコルビン酸の皮膚に対する徐放機能を有するものではない。

【 0 0 0 6 】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、本来繊維材料自体が具備している風合や吸湿性を損なわず、アスコルビン酸誘導体を繊維材料に付着させて耐洗濯性を付与すると共に、アスコルビン酸誘導体を人体の皮膚の表面に存在する皮脂等の油成分により徐放出させることが可能な、スキンケア効果を有する機能化繊維材料と、それを得るための繊維材料の処理方法を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明は、繊維材料を水に難溶なアスコルビン酸誘導体を含有する乳化液で処理した機能化繊維材料であり、該水に難溶なアスコルビン酸誘導体は、好ましくはL-アスコルビン酸ポリアルキルエステルである。その処理方法は、繊維材料に水に難溶なアスコルビン酸誘導体を含有する乳化液を付与する繊維材料の処理方法であり、該乳化液が水に難溶なアスコルビン酸誘導体、アニオン系界面活性剤又はアニオン系界面活性剤と非イオン系界面活性剤、及び水との混合物であって、該乳化液中に含まれる水に難溶なアスコルビン酸誘導体の濃度が0.05～10重量%の溶液である繊維材料の処理方法である。

【0008】

【発明の実施の形態】

本発明に用いられる繊維材料は特に限定されず、素材としては通常衣類として使用される綿、羊毛、絹等の天然繊維、レーヨン、ポリノジック、アセテート等の再生繊維、ポリエステル、ナイロン、アクリル等の合成繊維で、これらの1種類又は2種類以上を混織したものであってもよい。更に、再生繊維、合成繊維においては他の機能を発現させるための物質を含有させた繊維材料でもよく、前記含有された物質は、アスコルビン酸誘導体の徐放機能を阻害するものでなければ特に限定されるものではない。このうち、再生繊維のレーヨン、ポリノジックにあっては、本出願人が先に特願平11-352669号で出願した架橋剤をセルロースビスコース溶液に添加混合した後、該溶液を紡糸して得られる水に対する膨潤性を改善した改質セルロース再生繊維及び特願平11-352668号で出願した架橋剤をセルロースビスコース溶液に添加混合した後該溶液を紡糸し、次

いで架橋剤の水溶液に接触させて得られる水に対する膨潤性及びフィブリル性を改善した改質セルロース再生繊維であってもよい。

【 0 0 0 9 】

上述の場合においては架橋剤以外に抗菌性、消臭性、染色性改善等の他の機能を発現させるため、例えば、微小粒状キトサン、中空微粒子、アニオン化剤等の微粒子状の機能化剤を併用することももちろん可能である。繊維材料の形態については原繊、紡績糸、編織布、更には繊維製品のいずれであってもよく、又、アスコルビン酸誘導体の徐放機能を阻害する加工処理でなければ、前記の夫々の形状の繊維材料に他の機能を付与するための加工処理を施したものでもよいが、この場合、アスコルビン酸誘導体の徐放機能の点から、前記加工処理は本発明の処理の前に行うことが好ましく、特に架橋剤を用いた加工処理を行うときは本発明の処理の前に行うことが必須である。そして繊維材料が原繊、紡績糸、編織布の場合は、衣料用の繊維縫製材料として用いる。

【 0 0 1 0 】

本発明に用いられる水に難溶なアスコルビン酸誘導体は、有機溶剤に可溶な誘導体であれば特に限定されず、例えば、L-アスコルビン酸モノアルキルエステル、L-アスコルビン酸ジアルキルエステル、L-アスコルビン酸トリアルキルエステル、L-アスコルビン酸テトラアルキルエステル等が挙げられるが、耐洗濯性と安定性の点からL-アスコルビン酸テトラアルキルエステルが好適である。L-アスコルビン酸テトラアルキル誘導体としては、イソパルミトイルまたはステアロイル誘導体が挙げられる。

【 0 0 1 1 】

上記アスコルビン酸誘導体を水に乳化させるために使用される界面活性剤は、アニオン系界面活性剤が望ましいが、アニオン系界面活性剤単独ではその乳化力が低くアスコルビン酸誘導体を十分乳化できない場合は、非イオン系界面活性剤との混合使用も可能である。ここで使用されるアニオン系界面活性剤は、特に限定されず、例えば、各種脂肪酸石鹸、ラウリル硫酸ナトリウム、高級アルコール硫酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ジアルキルホスホハク酸ナトリウム、アルキルリン酸カリウム塩、ポリオキシエチレンアルキルエ

ーテル硫酸ナトリウムなどが挙げられる。又、ここで使用可能な非イオン系界面活性剤としては、例えば、ポリオキシエチレン誘導体、ソルビタンモノアルキレート、ソルビタンジアルキレート、ソルビタントリアルキレート等が挙げられ、これらを適宜選択して使用することができる。

【 0 0 1 2 】

本発明の繊維材料の処理方法としては、先ず水に難溶なアスコルビン酸誘導体と界面活性剤を水に混合し攪拌し乳化させ、アスコルビン酸誘導体を含有する乳化液を得、これに繊維材料を浸漬し、絞り率 6 0 ~ 1 2 0 % で絞る。その後 8 0 ~ 2 0 0 ° C で 1 ~ 3 0 分間乾燥処理する。アスコルビン酸誘導体を含有する乳化液を繊維材料に付与する手段としては、浸漬以外にも、乳化液を塗布、噴霧等によって繊維材料に付着せしめても良い。

【 0 0 1 3 】

本出願人が先に特願平 1 1 - 3 5 2 6 6 9 号で出願した架橋剤をセルロースビスコース溶液に添加混合した後、該溶液を紡糸して得られる水に対する膨潤性を改善した改質セルロース再生繊維を布帛とし、該布帛に併せてフィブリル性改善を目的として架橋剤で処理を行うときは、本発明のアスコルビン酸誘導体乳化液処理の後で前記架橋剤処理を行うとアスコルビン酸誘導体とセルロース再生繊維と架橋剤が反応し、アスコルビン酸誘導体の皮脂等による徐放機能が低下するため、前記架橋剤処理は本発明のアスコルビン酸誘導体乳化液処理の前に行うことが必須である。

【 0 0 1 4 】

繊維材料の処理に用いる乳化液の濃度としては、乳化液中のアスコルビン酸誘導体の濃度が 0 . 0 5 ~ 1 0 重量% の範囲であることが好ましく、0 . 0 5 重量% 未満ではスキンケア効果が期待できず、1 0 重量% を超えると乳化液の粘度が上昇し繊維の均一な処理が困難となり好ましくない。この時の界面活性剤の濃度は乳化が可能な範囲であれば特に問題ないが、アスコルビン酸誘導体量に対して多過ぎると洗濯耐久性が悪化するので、乳化可能な範囲で出来るだけ少ないほうが好ましい。乳化液を得る際の攪拌方法は特に限定されず、例えばホモジナイザー等を用いて攪拌すればよい。

【0015】

また、乳化の際、アスコルビン酸誘導体と界面活性剤のみでも乳化することができるが、乳化液の濃度や粘度を調整するために有機溶媒を加える事も可能である。このときに加える有機溶媒はアスコルビン酸誘導体が溶解するものであればよく、特に限定されないが、例えば、オレイン酸、スクワラン及びその誘導体、ヘキサン、ジエチルエーテル、酢酸エチル、ドデカノール等が挙げられる。

【0016】

本発明による処理により繊維材料に付着したアスコルビン酸誘導体は、10回洗濯後も50%以上残存し、優れた耐洗濯性を示す。これは、この誘導体の親水性が非常に小さいからである。通常、アスコルビン酸誘導体が化粧品に用いられる場合は、この誘導体が皮膚内部に取り込まれ、酵素によってアスコルビン酸に再生することで効果を発揮する。繊維に付着したアスコルビン酸誘導体は、繊維に付着したままの状態では期待される抗酸化能を発揮せず、繊維製品の着用時に着用者の皮脂等の油脂により繊維から皮膚上に徐放されて、皮膚に取り込まれることで効果を発揮するものである。

【0017】

本発明によれば、洗濯によるアスコルビン酸誘導体の脱離が抑さえられると共に、該誘導体は皮脂等の油脂には良く溶解するために、人体の皮膚の表面に存在する皮脂等の油成分によって徐々に皮膚上に徐放され、皮膚内部への取り込みによってスキンケア効果を発揮させることが可能であると推察される。更に、本発明による処理を行っても、その繊維材料自体が有する風合い、及び吸放湿性には全く変化が見られない。

【0018】

【実施例】

以下、本発明について、実施例により具体的に説明するが、本発明はこの範囲に限定されるものではない。なお、本実施例での測定方法と評価は、以下の方法に基づいて行った。

【0019】

(アスコルビン酸誘導体の付着量測定)

試験布をイソプロピルアルコールに入れ、37℃で2時間振とうした後、上澄みをHPLC（高速液体クロマトグラフィー）で測定し、得られたアスコルビン酸誘導体のピーク面積から繊維に付着したアスコルビン酸誘導体量を計算した。

【0020】

（アスコルビン酸の付着量測定）

試験布を人工汗（JIS L0848-5.1）に入れ、37℃で2時間振とうした後、上澄みをHPLC（高速液体クロマトグラフィー）で測定し、得られたアスコルビン酸のピーク面積から繊維に付着したアスコルビン酸量を計算した。

【0021】

（徐放機能の評価）

試験布にオレイン酸を0.3～0.5%o.w.f.になるように付着させた後に洗濯をした。1, 4, 10回洗濯後に試験布に残存しているアスコルビン酸誘導体を上記の方法で定量し、油脂によるアスコルビン酸誘導体の放出状態を測定した。尚、アスコルビン酸で処理した材料については、アスコルビン酸誘導体の代わりにアスコルビン酸を定量し、油脂によるアスコルビン酸の放出状態を測定した。

【0022】

（風合いの評価）

被験者10人で試験布の風合いを触感判定し、風合いが良いもの1点、悪いもの0点とし、各人に評価してもらいその総点から下記の基準に従い風合いを判定した。

- ① 8～10点 ○（良好）
- ② 4～ 7点 △（やや良い）
- ③ 0～ 3点 ×（悪い）

【0023】

（吸放湿性の評価）

重量 W_h gを測定しておいた秤量瓶に試料を約1 gずつ入れ、蓋を開いた状態で105℃にて60分間乾燥した後、シリカゲル入りデシケータ中にて30分間

放置して冷却し、重量 W_0 gを測定した。次いで湿度60%のデシケータ中に一晚放置した後、35℃、90%に調節した恒温恒湿器内に秤量瓶の蓋を開けていれ、60分後に蓋を閉めて秤量瓶を取り出し、重量 W_1 gを測定した。更に25℃、53%に調節した恒温恒湿器内に蓋を開けて秤量瓶を入れ、60分後に蓋を閉めて秤量瓶を取り出し、重量 W_2 gを測定した。これらの結果から、吸湿率、放湿率を次式により求めた。

【0024】

【式1】

$$\text{吸湿率 (\%)} = \frac{(W_1 - W_0)}{(W_0 - W_h)} \times 100$$

【0025】

【式2】

$$\text{放湿率 (\%)} = \frac{(W_1 - W_2)}{(W_0 - W_h)} \times 100$$

【0026】

(実施例1)

表1に示す処方でアスコルビン酸誘導体のアスコルビン酸テトライソパルミチン酸エステル（商品名：VC-IP、日光ケミカルズ（株）製）、スクワラン、ドデカノール、アニオン系界面活性剤（商品名：レベノールWX、（株）花王製）、非イオン系界面活性剤（商品名：レオドール、（株）花王製）を夫々混合し、全量が1kgになるように水を加えた後ホモジナイザーで乳化し、6種類のアスコルビン酸誘導体乳化液を得、夫々を乳化液1～6とした。但し、乳化液6はアスコルビン酸誘導体の濃度が15%と高いため粘度が上昇し本発明に適した乳化液にならなかった。乳化液1～5の夫々に30cm×30cmの綿100%織物各5枚を浸漬し、しぼり率90%で絞った後に、120℃で5分間熱処理し、夫々試料1～5の試験布を得た。比較例としてアスコルビン酸1gを水に溶解し、1kgとした溶液を使用した以外は試料1～5と同様にして試料6の試験布を得た。

【 0 0 2 7 】

得られた試料 1 ～ 6 の試験布を通常の洗濯機で、一般洗濯用洗剤（アタック、（株）花王製）を用いて 1 0 回洗濯した。試料 1 ～ 6 の 1 0 回洗濯前後のアスコルビン酸誘導体とアスコルビン酸の付着量を測定した。これとは別に試料 1 ～ 6 のオレイン酸を付加して 1 回洗濯後、4 回洗濯後、1 0 回洗濯後の残存アスコルビン酸誘導体とアスコルビン酸の測定による徐放機能の評価、吸放湿性の評価、風合いの評価を行い、その結果を表 2 に示した。又、試料に用いた未処理布帛について吸放湿性の評価、風合いの評価を行いその結果を表 2 に示した。

【 0 0 2 8 】

表 2 より試料 2 ～ 5 の 0 . 0 5 ～ 1 0 % のアスコルビン酸誘導体含有乳化液で処理した試験布は、1 0 回洗濯後も 5 0 % 以上アスコルビン酸誘導体が残存しており、耐洗濯性が非常に高いことが示された。又、オレイン酸を付加して 1 回洗濯後、4 回洗濯後、1 0 回洗濯後のアスコルビン酸誘導体の残存量を調べる徐放性試験でも十分な徐放機能が確認できた。しかしながら、0 . 0 3 % のアスコルビン酸誘導体乳化液で処理した試料 1 の試験布は初期付着量が低く、オレイン酸を付加しての 1 回洗濯で残存が確認できないほど残存量が減少しており、十分な徐放機能が得られなかった。一方、アスコルビン酸で処理した比較例の試料 6 は洗濯することによって殆どアスコルビン酸が脱落し、耐洗濯性が非常に低かった。また、これらの試料はすべて未処理布帛と比べて風合い及び吸放湿性の低下が見られなかった。

【 0 0 2 9 】

【表 1】

乳化液No.	VC-IP(g)	スクワラン (g)	ドデカノール (g)	非イオン系(g) 界面活性剤	アニオン系(g) 界面活性剤
乳化液 1	0.3	1.5	0.3	0.2	0.2
乳化液 2	0.5	2.5	0.5	0.4	0.4
乳化液 3	1	5	1	0.8	0.8
乳化液 4	50	—	50	40	40
乳化液 5	100	—	100	80	80
乳化液 6	150	—	150	120	120

【 0 0 3 0 】

【表 2】

試料No.	付着量(mg/g)		徐放機能(mg/g)			風合い	吸放湿性(%)	
	洗濯 前	10 回 洗濯後	1 回 洗濯後	4 回 洗濯後	10 回 洗濯後		吸湿	放湿
試料 1 (実施例)	0.10	0	0	0	0	○	12.5	6.9
試料 2 (実施例)	0.30	0.13	0.15	0.05	0.02	○	12.5	6.9
試料 3 (実施例)	0.46	0.25	0.18	0.10	0.06	○	12.3	6.8
試料 4 (実施例)	20.3	10.2	8.9	3.0	1.5	○	12.2	6.5
試料 5 (実施例)	45.0	21.3	15.6	5.8	2.3	○	12.2	6.6
未処理布	—	—	—	—	—	○	12.7	6.9
試料 6 (比較例 1)	0.55	0	0	0	0	○	12.6	6.9

【 0 0 3 1 】

(実施例 2)

アスコルビン酸誘導体のアスコルビン酸テトライソパルミチン酸エステル（商品名：VC-IP、日光ケミカルズ（株）製）を 1 g、スクワランを 5 g、ドデカノールを 1 g、アニオン系界面活性剤（商品名：レベノールWX、（株）花王製）を 0.8 g、非イオン系界面活性剤（商品名：レオドール、（株）花王製）を 0.8 g 混合し全量で 1 k g になるように水を加えた後ホモジナイザーで乳化し、アスコルビン酸誘導体乳化液を得た。この乳化液に 3 0 c m × 3 0 c m の綿 1 0 0 % 織物、綿／ポリエステル 5 0 / 5 0 織物、ナイロン 1 0 0 % 織物をそれ

それぞれ5枚ずつ浸漬し、絞り率90%で絞った後に、120℃で5分間熱処理し試料7～9の試験布を得た。試料7～9の試験布を通常の洗濯機で、一般洗濯用洗剤（商品名：アタック、（株）花王製）を用いて10回洗濯した後、洗濯前後のアスコルビン酸誘導体の付着量を測定した。これとは別に試料7～9の1回洗濯後、4回洗濯後、10回洗濯後の残存アスコルビン酸誘導体測定による徐放機能の評価、吸放湿性の評価、風合いの評価を行いその結果を表3に示した。又、試料7～9に用いた夫々の未処理布帛について吸放湿性の評価、風合いの評価を行いその結果を表3に示した。

【0032】

表3よりアスコルビン酸誘導体乳化液で処理した試料7～9の試験布はいずれも10回洗濯後も50%以上アスコルビン酸誘導体が残存しており、耐洗濯性が非常に高いことが示された。徐放機能に関しても同様に良好であった。また、これらの試料はすべて風合いは未処理布帛と比べても良好であり、本発明の処理による吸放湿性の低下も見られなかった。

【0033】

【表3】

試料No.	付着量(mg/g)		徐放機能(mg/g)			風 合 い	吸放湿性(%)	
	洗濯前	10回 洗濯後	1回 洗濯後	4回 洗濯後	10回 洗濯後		吸湿	放湿
試料 7 (綿 100%)	0.46	0.25	0.18	0.10	0.06	○	12.3	6.8
綿 100%未処理布	—	—	—	—	—	○	12.7	6.9
試料 8 (綿/ポリエステル:50/50)	0.43	0.23	0.19	0.11	0.05	○	6.53	3.56
綿/ポリエステル:50/50 未処理布	—	—	—	—	—	○	6.58	3.55
試料 9 (ナイロン 100%)	0.50	0.30	0.22	0.13	0.07	○	4.53	2.45
ナイロン 100%未処理布	—	—	—	—	—	○	4.55	2.47

【0034】

(実施例3)

通常の方法によりポリノジックビスコース溶液（セルロース5.0%、全アルカリ3.5%、全硫黄3.0%）を調製し、該ビスコース溶液にポリプロピレン

グリコールジグリシジルエーテル（ナガセ化成工業（株）製、商品名：デナコール EX-931）を該ビスコース溶液のセルロースに対して5重量%、脱アセチル化度82%、平均分子量42,000、粒子径が10 μ m以下の微粒子状キトサンをセルロースに対して1重量%となるように添加し均一に混合して紡糸原液を調製した。得られた紡糸原液を0.07mm \times 500Hのノズルを使用し、紡糸速度30m/分で、硫酸22g/L、硫酸ナトリウム65g/L、硫酸亜鉛0.5g/L、の温度35 $^{\circ}$ Cの紡糸浴中に紡糸した。次いで、硫酸2g/L、硫酸亜鉛0.05g/Lの温度25 $^{\circ}$ Cの浴中で2倍に延伸し、繊維長38mmとなるように切断し、炭酸ナトリウム1g/L、硫酸ナトリウム2g/Lの温度60 $^{\circ}$ Cの浴中で処理を行った後、再度硫酸5g/Lの温度65 $^{\circ}$ Cの浴中で処理した。更に、通常の精練漂白、水洗いを行った後に130 $^{\circ}$ Cで15分間熱処理した。再度水洗し、乾燥して、架橋剤と微小粒状キトサンを含んだおよそ1.39デシテックスのポリノジックのセルロース再生繊維を50kg製造した。次いで、得られた前記ポリノジック繊維を用いて綿糸番手40番手の紡績糸を製造し、これを用いて織物を製造した。更に得られた織物をエチレングリコールジグリシジルエーテル（ナガセ化成工業（株）、商品名：デナコール EX-810）の5重量%の水溶液で処理し、130 $^{\circ}$ Cで15分間熱風乾燥後水洗し乾燥して、架橋処理された織物を得た。

【0035】

実施例1と同様に、表4に示す処方でアスコルビン酸誘導体のアスコルビン酸テトライソパルミチン酸エステル（商品名：VC-IP、日光ケミカルズ（株）製）、スクワラン、ドデカノール、アニオン系界面活性剤（商品名：レベノール WX、（株）花王製）、非イオン系界面活性剤（商品名：レオドール、（株）花王製）を夫々混合し全量が1kgになるように水を加えた後にホモジナイザーで乳化し5種類のアスコルビン酸誘導体乳化液を得、夫々を乳化液8~12とした。乳化液8~12の夫々に30cm \times 30cmの前記架橋処理された織物5枚づつを浸漬し、絞り率90%で絞った後に、120 $^{\circ}$ Cで5分間加熱処理し、夫々試料10~14の試験布を得た。得られた試料10~14の試験布を通常の洗濯機で、一般洗濯用洗剤（商品名：アタック、（株）花王製）を用いて10回洗濯し

た。試料 1 0 ～ 1 4 の洗濯前後のアスコルビン酸誘導体の付着量を測定した。これとは別に試料 1 0 ～ 1 4 についてオレイン酸を付加して 1 回洗濯後、 4 回洗濯後、 1 0 回洗濯後の残存アスコルビン酸誘導体測定による徐放機能の評価、風合いの評価を行いその結果を表 5 に示した。又、試料 1 0 ～ 1 4 に用いた未処理布帛について吸放湿性の評価、風合いの評価を行いその結果を表 5 に示した。

【 0 0 3 6 】

表 5 より試料 1 1 ～ 1 4 の 0 . 0 5 ～ 1 0 % のアスコルビン酸誘導体乳化液で処理した試験布はいずれも 1 0 回洗濯後も 5 0 % 以上アスコルビン酸誘導体が残存しており、耐洗濯性が非常に高いことが示された。また、オレイン酸を付加して洗濯を行う徐放機能試験でも徐放機能が確認できた。更に、水に対する膨潤抑制性やフィブリル防止性及び抗菌機能も具備していた。しかしながら、 0 . 0 3 % のアスコルビン酸誘導体乳化液で処理した試料 1 0 の試験布は初期付着量が低く、オレイン酸を付加しての 1 回洗濯で残存が確認できないほど残存量が減少しており十分な徐放機能が得られない。また、これらの試料はすべて未処理布帛と比べて風合い及び吸放湿性の低下も見られなかった。

【 0 0 3 7 】

【表 4】

乳化液No.	VC-IP(g)	スクワラン (g)	ドデカノール (g)	非イオン系(g) 界面活性剤	アニオン系(g) 界面活性剤
乳化液 8	0.3	1.5	0.3	0.2	0.2
乳化液 9	0.5	2.5	0.5	0.4	0.4
乳化液 10	1	5	1	0.8	0.8
乳化液 11	50	—	50	40	40
乳化液 12	100	—	100	80	80

【 0 0 3 8 】

【表 5】

試料No.	付着量(mg/g)		徐放機能(mg/g)			風 合 い	吸放湿性(%)	
	洗濯前	洗濯後	1回 洗濯後	4回 洗濯後	10回 洗濯後		吸湿	放湿
試料 10 (実施例)	0.09	0	0	0	0	○	17.5	7.2
試料 11 (実施例)	0.31	0.16	0.20	0.09	0.01	○	17.4	7.3
試料 12 (実施例)	0.50	0.26	0.21	0.11	0.07	○	17.3	7.4
試料 13 (実施例)	20.3	10.3	9.1	7.8	1.7	○	17.3	7.4
試料 14 (実施例)	48.0	22.1	16.3	5.5	2.5	○	17.2	7.1
未処理布	—	—	—	—	—	○	17.4	7.2

【 0 0 3 9 】

【発明の効果】

本発明は、水に難溶なアスコルビン酸誘導体を繊維材料に付着させた機能化繊維材料とその処理方法であり、該処理方法により、衣料分野において風合いに優れ、本来繊維材料自体が具備している吸放湿性を損なわずに、洗濯耐久性のあるスキンケア効果、即ち、人体の皮膚の表面に存在する皮脂等の油成分によりアスコルビン酸誘導体を徐放出させることが可能な、スキンケア効果の期待される機能化繊維材料を得ることができる。

特2000-244068

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2000-244068
受付番号	50101029569
書類名	手続補正書
担当官	小菅 博 2143
作成日	平成13年 7月18日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成13年 7月13日
-------	-------------

次頁無

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000005359]

1. 変更年月日 1990年 8月 3日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都中央区日本橋人形町1丁目18番12号

氏 名 富士紡績株式会社